

gave them valuable comments. The authors are also grateful to every member of Mitsubishi Research Group at Omiya dealing with uranium compounds for supports and encouragements.

Note added in proof.—The structure of cubic U_4O_9 proposed recently by Belbeoch *et al.* (1960) is, in our words, an out-of-step structure, where $M_x = M_y = M_z = 1$. In contrast to our case of U_3O_{8-x} , where the out-of-step mode is expressed by a translation vector, in the U_4O_9 structure it is expressed by a rotatory inversion $\bar{4}$. At any rate, we believe that long spacings resulting from out-of-step phenomena will be of great importance for understanding thoroughly the phase diagram of U-O system. One of the physical reasons underlying these structures lies probably in variable valency of uranium.

References

- ANDRESEN, A. F. (1958). *Acta Cryst.* **11**, 612.
 BELBEOCH, B., PIEKARSKI, C. & PERIO, P. (1960). *Bull. Soc. franç. Minér. Crist.* **83**, 206.
 BELLE, J. (1958). *Proceedings of the Second International Conference on the Peaceful Uses of Atomic Energy*, Vol. 6, p. 569 (P/2404). Geneva: United Nations.
 CHODURA, B. & MALÝ, J. (1958). *Proceedings of the Second International Conference on the Peaceful Uses of Atomic Energy*, Vol. 28, p. 223 (P/2099). Geneva: United Nations.
 DOI, H., TAKASHIMA, A. & SUEHIRO, Y. (1960). Read at the Annual Meeting of *Phys. Soc., Japan*, April.
 FUJIWARA, K. (1957). *J. Phys. Soc. Japan*, **12**, 7.
 GLOSSOP, A. B. & PASHLEY, D. W. (1959). *Proc. Roy. Soc. A*, **250**, 132.
 GRØNVOLD, F. (1955). *J. Inorganic and Nuclear Chem.* **1**, 357.
 HIRABAYASHI, M. & OGAWA, S. (1957). *J. Phys. Soc. Japan* **12**, 259.
 HOEKSTRA, H. R., SIEGEL, S., FUCHS, L. H. & KATZ, J. J. (1955). *J. Phys. Chem.* **59**, 136.
 OGAWA, S. (1958). *Nippon Buturi Gakkai-Shi*, **13**, 609. (In Japanese).
 OGAWA, S., HIRABAYASHI, M. & WATANABE, D. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 510.
 OGAWA, S. & WATANABE, D. (1954). *J. Phys. Soc. Japan*, **9**, 475.
 OGAWA, S., WATANABE, D., WATANABE, H. & KOMODA, T. (1958). *Acta Cryst.* **11**, 872.
 OGAWA, S., WATANABE, D., WATANABE, H. & KOMODA, T. (1959). *J. Phys. Soc. Japan*, **14**, 936.
 OKUZUMI, H., PERIO, P. & TOURNARIE, M. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 1039.
 PERIO, P. & TOURNARIE, M. (1959a). *Acta Cryst.* **12**, 1032.
 PERIO, P. & TOURNARIE, M. (1959b). *Acta Cryst.* **12**, 1044.
 RAETHER, H. (1957). *Handbuch der Physik*, Vol. 32, p. 513. (Ed. by Flügge, S.). Berlin: Springer.
 RUNDLE, R. E., BAENZIGER, N. C., WILSON, A. S. & McDONALD, R. A. (1948). *J. Amer. Chem. Soc.* **70**, 99.
 RUNNALLS, O. J. C. (1959). *Nuclear Fuel Elements*, p. 228. (Ed. by Hausner, H. H. & Schumar, J. F.). New York: Reinhold.
 UCHIKOSHI, H., ISHII, B., SUZUKI, K. & TAKAHASHI, S. (1960). Read at the Annual Meeting of *Phys. Soc. Japan*, April.
 WATANABE, D. (1958). *J. Phys. Soc. Japan*. **13**, 535.
 WATANABE, D. & OGAWA, S. (1956). *J. Phys. Soc., Japan*, **11**, 226.

Acta Cryst. (1961). **14**, 771

Kristalljustierung mit Röntgen-Bildverstärker

VON H. WEYERER

Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig, Deutschland

(Eingegangen am 13. September 1960)

Single crystals, approximately oriented by optical methods, may be adjusted in a few minutes by the use of X-ray image amplifiers. The adjustment may be done with an accuracy of a few minutes of arc without any dark adaption. The present state of development excludes the use of wavelengths longer than $Mo K\alpha$ radiation.

Mit dem Röntgen-Bildverstärker (Tewes, 1955) können ohne den Umweg über Röntgen-Filmaufnahmen oder Registrierkurven z. B. der Gitterbau von Einkristallen schnell kontrolliert, Textureinflüsse an polykristallinen Proben aufgezeigt und ein Überblick über das Röntgen-Interferenzbild gewonnen werden (Mühe & Weyerer, 1957). Ferner lassen sich Kristalle für das Laue- und Drehkristall-Verfahren auf diese Weise rasch und präzise justieren.

Bei unvollkommen justierten Einkristallen fallen Einzelreflexe, die durch Drehung des Kristalls nacheinander an identischen Netzebenen entstehen, oft nicht mehr genau zusammen; sie fächern trotz derselben Indizierung senkrecht zu ihrer Schichtlinie, z. B. zum Äquator, nach beiden Seiten hin auf. Diese Abweichungen nehmen im allgemeinen mit wachsendem Bragg'schen Reflexionswinkel zu (v. Heimendahl & Weyerer, 1959).

Soll bei einem Kristall, der u. a. eine zur Drehachse senkrecht gelegene Symmetrie-Ebene besitzt, eine bestimmte Richtung des Kristallgitters parallel zu dieser Drehachse eingerichtet werden, so benutzt man hierbei die symmetrisch zum Äquator gelegenen Röntgen-Reflexe. Sie verschwinden bei Drehung um die Achse (Präparatsträger bzw. Goniometerkopf) genau gleichzeitig und tauchen zusammen wieder auf, falls bereits eine gute Justierung des Kristalls erreicht ist (Otto, 1960). Andernfalls können sich sowohl Form und Intensität der Reflexe, als auch deren Lage im Durchstrahlgebiet verändern. Eine Dejustierung wird einmal durch einen Intensitätsunterschied zwischen den beiden symmetrischen Reflexen angezeigt (Methode I); zum anderen tritt im allgemeinen eine Verlagerung der Reflexe auf, so dass deren Verbindungslinien mit wachsender Dejustierung mehr und mehr von den auf der entsprechenden Symmetrie-Ebene errichteten Senkrechten abweichen (Methode II).

Bei visueller Beobachtung wird man die erste Methode (Intensitätswechsel) bevorzugen, weil hierbei kein Bezugsnetz benötigt wird; man verstellt die beiden Kreisführungen des Goniometerkopfes so lange um kleine Winkelbeträge, bis die symmetrischen Röntgenreflexe beim Drehen des Kristalls im Bildverstärker gleichzeitig aufblitzen.* Auch relativ schwache Reflexe lassen sich gut beobachten, sofern die Quantenenergie der Eigenstrahlung über etwa 17 keV liegt (Absorption in der Glaswandung des Bildverstärkers). Der Kristall kann in wenigen Minuten mit einer Genauigkeit von etwa $1/10$ Winkelgrad justiert werden, die u. a. von Kristall-Beschaffenheit, Kristalltyp, kristallographischer Richtung abhängt.

Soll die Kristalljustierung im Bild festgehalten werden, so lässt sich mit Vorteil auch die zweite Methode verwenden. An die Stelle der Betrachtungsoptik wird ein Photoapparat (Robot; Tandemobjektiv Xenon 1:2) am Bildverstärker angebracht. Die Belichtungszeiten betragen auf Kleinbildfilm Agfa Isopan Record (ca. 36/10° DIN) einige Sekunden. Das rechtwinklige Koordinatensystem der Strichplatte in der Kamera wird zusammen mit den Reflexen auf dem Film abgebildet. Reicht hierzu der Streuuntergrund aus der zu untersuchenden Probe nicht aus, so liefert ein seitlich an der Objektivfassung befestigtes Glühlämpchen (0,6 A., 6 V.) das benötigte Streulicht durch diffuse Reflexion an der Rückseite des Bildverstärkers. Man stellt die Helligkeit des Lämpchens so ein, dass die Röntgenreflexe und das Bezugsnetz gleichzeitig exponiert werden können.

Als Beispiel sind in Fig. 1 die zum Äquator symmetrisch gelegenen (011)- und (01 $\bar{1}$)-Reflexe einer NaCl-Kristallnadel wiedergegeben. Eine Kristallfläche war parallel zu einer der beiden Kreisführungen des Goniometerkopfes ausgerichtet worden. Diese Kreis-

* Mit dem Bildverstärker, der sich wegen seiner relativ grossen Aussenabmessungen (20 cm. Ø) für das Rückstrahlgebiet weniger gut eignet, lässt sich ohne Mehraufwand auch die allgemeine Beschaffenheit der Probe überprüfen.

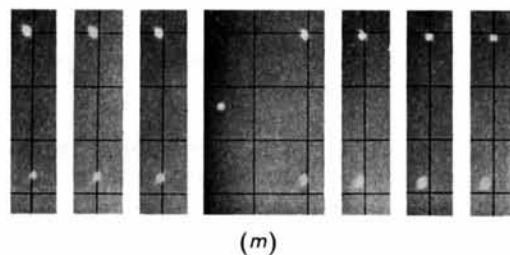


Fig. 1. Röntgenreflexe des NaCl im Durchstrahlgebiet. Divergenz des Röntgenstrahlenbündels $0,5^\circ$. Belichtungszeit 15 sec.; Agfa-Record-Kleinbildfilm; Robotkamera mit eingebauter Strichplatte. Kristallverkipfung parallel zum Röntgenstrahl; Differenz von etwa 12 Winkelminuten zwischen den Teilbildern; bestmögliche Kristalljustierung bei (m).

führung stand parallel zum Primärstrahl und wurde schrittweise um jeweils etwa 4 Winkelminuten gleichsinnig weitergedreht, wobei der Kristall über die Stellung optimaler Justierung hinweggeführt wurde. Beiderseits dieser Mittellage (m) macht sich auf den Teilbildern die zunehmende Abweichung (Verkipfung) der Reflexe von den Vertikalen des Koordinatennetzes deutlich bemerkbar. Die bestmögliche Kristalljustierung lässt sich auf etwa 5 bis 8 Winkelminuten genau angeben. Eine Genauigkeitssteigerung wird dadurch erzielt, dass man mehrere Teilbilder zu beiden Seiten der Mittellage (m) auswertet.

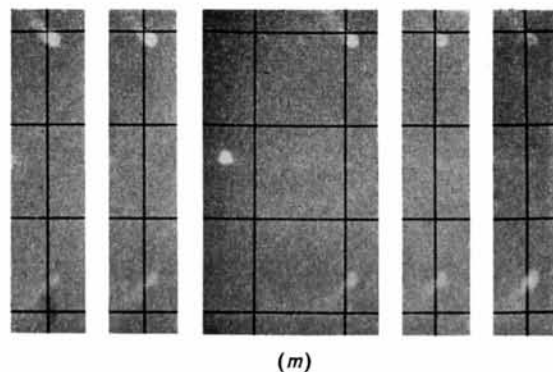


Fig. 2. NaCl-Kristall. Drehung des Kristalls um die Präparatsträgerachse bis kurz vor Verschwinden der Reflexe. Differenz von 4 Winkelminuten zwischen den Teilbildern. Belichtungszeit 40 sec. Sonst wie Fig. 1.

Für Fig. 2 wurde derselbe Kristall so weit um die Achse des Präparatsträgers gedreht, dass die betrachteten Reflexe gerade noch nicht verschwanden. Die Intensität der Reflexe nahm daher gegenüber der Fig. 1 entsprechend ab. Verändert man jetzt, ebenso wie in Fig. 1, die Kristallorientierung, so unterscheiden sich die Intensitäten der beiden Röntgenreflexe bereits deutlich nach einer Drehung um 4 Winkelminuten. Die grössere Empfindlichkeit dieser ersten Justiermethode wird aber im allgemeinen durch die geringere Verschwenkungsmöglichkeit (kleinere Anzahl von Teilbildern) beeinträchtigt.

Um das Röntgenbild, also Lage und Anordnung der Röntgenreflexe, auch visuell beobachten zu können, bedient man sich spezieller Bezugsnetze an der Vorderfront des Röntgen-Bildverstärkers. Oft genügt hierbei eine *relative* Zuordnung der Röntgenreflexe zum Koordinatensystem; die Netze brauchen daher nicht besonders präzise zu sein.

Für den allgemeinen Fall der Kristalljustierung, wenn z. B. die oben genannte Symmetrie nicht gegeben ist und symmetrische Reflexpaare nicht auftreten, was besonders bei niedrigsymmetrischen Kristallen vorkommen wird, kann die übliche Laue-Anordnung verwendet werden.



Fig. 3. Polarkoordinatennetz als Bezugssystem, an der Vorderfront des Röntgenbildverstärkers befestigt. Araldit als Streukörper. Gleichzeitige Belichtung der NaCl-Reflexe (15 sec.). Schattenwurf des Primärstrahlenfängers und des Präparat-trägers.

Hierbei ist ein Polarkoordinatennetz, z. B. aus 0,5 mm. dicken Bleidrähten, die auf beiden Seiten einer streuungsarmen Folie* aufgeklebt sind, der Symmetrie des Röntgenbildes oft besser als ein rechtwinkeliges Bezugsnetz (Kupferdrähte von einigen Zehntel Millimeter Stärke) angepasst. Für eine kontrastreiche Abbildung des Bezugsnetzes (siehe Fig. 3) wurde eine Aralditplatte von 9 mm. Dicke zwischen Präparat und Primärstrahlblenden in das Strahlenbündel gestellt; sie erzeugt auch den diffusen Interferenzring. Als Streukörper, der gegebenenfalls mit einer Bohrung für das Primärstrahlenbündel versehen werden kann, kommt noch Klebwachs, Stearin oder dergl. in Frage. Für einen gleichmäßigen Streuuntergrund ohne Interferenzring stellt man stattdessen als Streukörper einen Paraffinblock unmittelbar vor das Röhren-Austrittsfenster; aus seiner Bleiabschirmung (Stärke 1 mm.) spart man, z. B. 20 mm. von Primär-Strahl-Bündel und Blendenachse entfernt, ein Loch von einigen Millimetern Durchmesser aus, das als Streustrahlen-Quelle dient. Für Übersichtsaufnahmen mit diesem Koordinatennetz wird man die Röntgen-Reflexe und das Bezugsnetz zweckmässig nacheinander belichten, wobei man auf eine genauere gegenseitige Zuordnung zu achten hat.

Für die Mithilfe und Ausführung der vorliegenden Versuche danke ich Frl. H. Stein und Herrn H. Voigt.

Literatur

- FLÖRKE, O. W. & SAALFELD, H. (1953). *Neues Jb. Miner., Mh.* **8**, 186.
 HEIMENDAHL, M. VON & WEYERER, H. (1959). *Z. Instrum.* **67**, 187.
 MÜHE, R. & WEYERER, H. (1957). *Röntgenblätter*, **10**, 340. (Dort auch weitere Literaturhinweise.)
 OTTO, J. (1960). *Z. Kristallogr.* (Demnächst.)
 TEWES, M. C. (1955). *Philips Tech. Rdsch.* **17**, 77.

* Diese Zellulosekunststoffolie wird nach den Angaben von Flörke & Saalfeld (1953) hergestellt und ist hinreichend formbeständig.